


Preparation method of organic electro luminous material 8-hydroxy quinolin aluminium

Patent number: CN1427001
Publication date: 2003-07-02
Inventor: XU BINGSHE (CN); WANG HUA (CN); ZHOU HEFENG (CN)
Applicant: ZHICHENG SCIENCE AND TECHNOLOG (CN)
Classification:
- **International:** *C07D215/26; C09K11/06; C07D215/00; C09K11/06;*
(IPC1-7): C07D215/26; C09K11/06
- **European:**
Application number: CN20021035615 20020927
Priority number(s): CN20021035615 20020927

Also published as:

 CN1179947C ((

Report a data error he

Abstract of CN1427001

A process for preparing electroluminescent organic 8-hydroxyquinoline aluminium includes such steps as: mixing 8-hydroxyquinoline crystal, aluminium chloride, alcohol and distilled water to obtain a solution, reaction in a sealed container, filtering, vacuum pumping filtering, washing, distilling for purifying, and baking dry. Its advantages are high efficiency, low cost, and high quality and purity of the product.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

RESULT LIST

1 result found in the Worldwide database for:

cn1427001 as the publication, application or priority number
(Results are sorted by date of upload in database)

**1 Preparation method of organic electro luminous material 8-hydroxy
quinoline aluminium**

Inventor: XU BINGSHE (CN); WANG HUA (CN); (+1)

Applicant: ZHICHENG SCIENCE AND TECHNOLOG (CN

EC:

IPC: C07D215/26; C09K11/06; C07D215/00 (+3

Publication Info: CN1427001 - 2003-07-02

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C07D215/26

C09K 11/06



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02135615.7

[43] 公开日 2003 年 7 月 2 日

[11] 公开号 CN 1427001A

[22] 申请日 2002.9.27 [21] 申请号 02135615.7

[71] 申请人 山西至诚科技有限公司

地址 030006 山西省太原市高新技术开发区
长治路 436 号科翔大厦 809 室

[72] 发明人 许并社 王 华 周禾丰 卢英兰
郝玉英 李 洁 郝海涛 陆 路

[74] 专利代理机构 太原市科瑞达专利代理有限公司

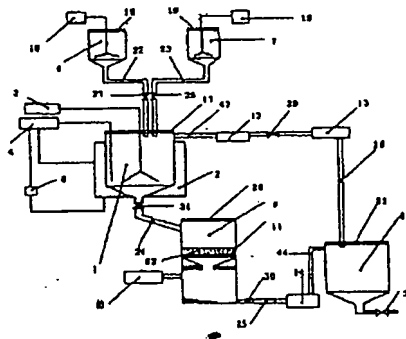
代理人 江淑兰

权利要求书 3 页 说明书 9 页 附图 6 页

[54] 发明名称 有机电致发光材料 8-羟基喹啉铝的制备方法

[57] 摘要

本发明是一种有机电致发光材料 8-羟基喹啉铝的制备方法,是用 8-羟基喹啉晶体、氯化铝、乙醇、蒸馏水混合成溶液,在密闭容器中进行化合反应、过滤、真空抽滤、洗涤、蒸馏提纯、烘干,获取高纯度的 8-羟基喹啉铝粉末,还可将制取后的溶液回收分离出原材料,再次利用,此制备方法简便、效率高、成本低、质量好、设备少、产物纯度高,还可利用此方法和原理制取 8-羟基喹啉类金属材料络合物。



ISSN 1008-4274

1、一种有机电致发光材料 8-羟基喹啉铝的制备方法，其特征是由下列化学物质组合反应而成，其化学物质的配比是：以千克为产物制取单位。

8-羟基喹啉晶体：1048—1058 重量份

氯化铝：318—328 重量份

乙 醇：10233—10533 重量份

蒸馏水：1200—1220 重量份

化学物质的最佳配比是：以千克为产物制取单位。

8-羟基喹啉晶体：1053 重量份

氯化铝：323 重量份

乙 醇：10383 重量份

蒸馏水：1210 重量份

制备工艺流程如下：

1) 精选原料

对配比所需的原料 8-羟基喹啉晶体、氯化铝、乙醇、蒸馏水要进行精选，保证其纯度为 99%以上。

2) 配制液体

按最佳重量份配比将 8-羟基喹啉晶体、乙醇在容器中混合、浸泡、溶解，制成溶液，浓度为 70—80 克/升。

按最佳重量份配比将氯化铝、蒸馏水在容器中混合、浸泡、溶解，制成溶液，浓度为 2—3 摩尔/升。

3) 混合溶液

将 8-羟基喹啉晶体、乙醇制成的溶液，与氯化铝、蒸馏水制成的溶液在反应容器中混合，8-羟基喹啉与氯化铝的摩尔比为 3:1。

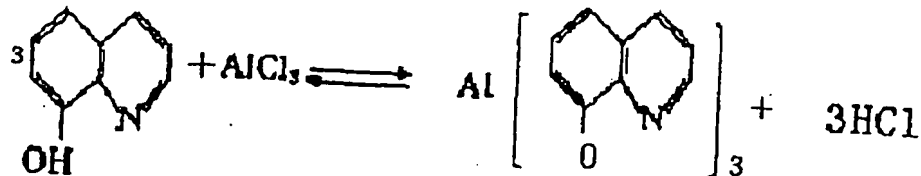
加入少量有机碱三乙胺，控制酸碱度 PH 值在 6—7 个单位。

4) 加热、恒温、搅拌、反应

将装有混合溶液的反应容器加热，用温控计控制并恒定温度，其温度控制在

70°—80℃，同时用搅拌器搅拌均匀，使其进行化学反应。

化学反应方程式如下：



式中：OH——羟基

N——氮

ALCL₃——氯化铝

O——氧

AL——铝

3HCL——盐酸

5) 过滤

化学反应完成后，用致密过滤网进行溶液过滤、真空抽滤，将黄色沉淀物过滤分离出来，成滤饼，黄色沉淀物即为 8-羟基喹啉铝，并将过滤液收集储存，以备回收利用。

6) 洗涤、真空抽滤

将过滤分离出的 8-羟基喹啉铝，用乙醇和蒸馏水分别进行洗涤和真空抽滤，并循环进行 2—3 次。真空抽滤在专用的过滤器中进行，抽滤后的溶液收集储存，以备回收利用。

7) 烘干

将洗涤、真空抽滤后的 8-羟基喹啉铝置于容器中，并放入烘干箱烘干，烘干温度为 70℃，时间为 2 小时。

8) 蒸馏提纯

烘干后的 8-羟基喹啉铝用水蒸气蒸馏设备进行提纯，并重复蒸馏两次，使 8-羟基喹啉铝由固态变为气态，使气态状的 8-羟基喹啉铝蒸出来，置于冷凝器中，进行冷凝处理，冷凝后的固态物质即为 8-羟基喹啉铝。

9) 二次烘干

对蒸馏提纯后的 8-羟基喹啉铝，二次进入烘干箱烘干，烘干温度为 70℃，时

间为4小时，二次烘干后的固态化学物质即为8-羟基喹啉铝粉末。

10) 检验、测试

对提取的8-羟基喹啉铝粉末，用专用仪器检验、测试其纯度、色泽、形态、性能，并进行化学分析。

11) 包装、储存

对提取的8-羟基喹啉铝粉末，装入白色透明的玻璃容器或不锈钢容器中，并密闭封存，置于 $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 的阴凉、干燥的环境中，要防水、防潮、防火、防晒、防酸碱侵蚀。

2、根据权利要求1所述的有机电致发光材料8-羟基喹啉铝的制备方法，其特征在于回收工艺流程是：

1) 收集溶液

将制备工艺中过滤、真空抽滤、洗涤、冷凝后的溶液收集、储存在各自的容器中。

2) 混合溶液

将收集的各种溶液全部置于反应容器中，并进行搅拌、混合均匀。

3) 加热分馏、回收乙醇

将混合溶液在反应容器中加热至 78.2°C ，使其分馏，在 78.2°C 时的馏份是乙醇气体，乙醇气体通过冷凝器冷凝后成为乙醇液体，乙醇即得到回收。

4) 真空抽滤，回收8-羟基喹啉

将分馏后的残余溶液放入过滤器中，进行真空抽滤，在滤网上得到滤饼，滤饼就是未反应完全的8-羟基喹啉，烘干后即可。

5) 收集抽滤液，回收氯化铝

将真空抽滤后的溶液收集于专用容器中，此抽滤液即是未反应的氯化铝溶液。

6) 储存、利用

将回收的乙醇、8-羟基喹啉、氯化铝溶液，分别储存于各自的容器中，以备重新利用。